

E(31-P58) J(1-D1, 1-E3C, 4-E3) U(2-A2)

89-161597/22 E33 J04 L02 ELED 15.10.87
DENKI KAGAKU KOGYO KK *JO 1103-914-A
15.10.87-JP-258361 (21.04.89) B011-20/10 B011-21/16 C01b-33/24
Synthesised calcium silicate hydrate used as moulding aid - obtd. by
reacting fine particles contg. amorphous silicon dioxide and
kneaded prod. contg. calcium hydroxide and water
C89-071607

Synthesised silicate hydrate is obtd. by reacting fine particles contg.
amorphous silicon dioxide as main component and a kneaded prod.
contg. calcium hydroxide and water as the main components. The
produced synthesised calcium silicate has specific surface area of at
least 100 m²/g.
The fine particles contg. amorphous silicon dioxide are pref. silica
dust (silica fume) or siliceous dust having the ave. particle size of
around 0.1 microns.
USE/ADVANTAGE - Synthesised calcium silicate having big
specific surface area can be obtd. by simply kneading the mixt. at
normal temp. and normal pressure into paste condition and leaving
it. The produced synthesised calcium silicate hydrate is useful as a
moulding aid, a thickener, a catalyst support, an adsorbent and a
filler. (8pp Dwg.No. 0/1)

⑫ 公開特許公報 (A) 平1-103914

⑮ 公開 平成1年(1989)4月21日

庁内整理番号

識別記号

6750-4G

1 0 1

A-6939-4G

Z-8618-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑯ Int. Cl.

C 01 B 33/24

// B 01 J 20/10

21/16

⑰ 発明の名称 合成ケイ酸カルシウム水和物

⑱ 特 願 昭62-258361

⑲ 出 願 昭62(1987)10月15日

特許法第30条第1項適用 昭和62年5月1日 石膏石灰学会発行の「石膏と石灰」において発表

⑳ 発 明 者 坂 井 悦 郎 千葉県市川市東大和田2-5-1-503

㉑ 発 明 者 小 野 啓 一 東京都町田市森野5-25-18

㉒ 発 明 者 大 門 正 機 東京都町田市つくし野1-5-3

㉓ 発 明 者 浅 賀 喜 与 志 東京都葛飾区堀切3-30-8

㉔ 発 明 者 養 蔵 神奈川県鎌倉市山の内931

㉕ 出 願 人 電気化学工業株式会社 東京都千代田区有楽町1丁目4番1号

㉖ 代 理 人 弁理士 鈴木 定子

熱合成により製造されている (特開昭54-93698号

公報)。

(発明が解決しようとする問題点)

しかしながら、特開昭54-93698号公報の方法は

150〜250℃の温度でオートクレーブを用い

て9〜23Kg/cm²の水蒸気圧下で得られるもの

であって、このような方法は現実の実施に際し、

操作や装置が複雑となり大量生産が困難であった。

そこで、加圧を必要とせず、常温或いはわずか

な加熱で容易に製造できる微細な合成ケイ酸カル

シウム水和物が求められていた。

(問題解決の手段)

本発明は上記問題の解決を目的とし、その構成

は、非晶質二酸化ケイ素を主成分とする微細粒子、

水酸化カルシウム及び水を主成分とする湿練物を

反応させて得られた合成ケイ酸カルシウム水和物

であって、その比表面積が100m²/g以上であ

ることを特徴とする。

本発明に用いる非晶質二酸化ケイ素を主成分と

する微細粒子は、フエロシリコンや金属シリコン

明 細 書

1. 発明の名称

合成ケイ酸カルシウム水和物

2. 特許請求の範囲

非晶質二酸化ケイ素を主成分とする微細粒子、

水酸化カルシウム及び水を主成分とする湿練物を

反応させて得られた、比表面積が100m²/g以

上の合成ケイ酸カルシウム水和物。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は合成ケイ酸カルシウム水和物、特に比

表面積が大きく、成形助剤、増粘剤、触媒担体、

吸着剤、充填材などとして使用される合成ケイ酸

カルシウム水和物に関する。

(従来の技術)

従来、上記用途を目的とした合成ケイ酸カルシ

ウム水和物としては、ジキレート型ケイ酸カ

ルシウム水和物が市販されている。これはケイ酸

ナトリウムなどの水溶性ケイ酸塩と塩化カルシウ

ムなどの水溶性カルシウム塩を出発原料として水

の副生物の平均粒径0.1 μ m程度の球状粒子であるシリカゲラスト(シリカフューム)やシリカ質ダストが好適であり、シリカゲル、シリカガラス、オパール質珪石などを微粉砕(通常は分級も組合わせる)して得られる微細粒子も使用できる。非晶質二酸化ケイ素を主成分とする微細粒子は、セメント系の水和反応においてその反応が早く、また、セメントの水和過程で生成するCa(OH)₂を消費する。上記したように非晶質二酸化ケイ素はセメントの水和過程で生成するCa(OH)₂とも速やかに反応するから、水酸化カルシウムは、市販のCa(OH)₂は勿論、水の存在下でCa(OH)₂を生成する物質、例えば生石灰、セメント酸いはカーバート洋も水酸化カルシウム源として使用される。その粒径は非晶質二酸化ケイ素に比べてそれほど小さくともよい。

反応を進ませるにあたっては、非晶質二酸化ケイ素を主成分とする微細粒子に水酸化カルシウム及び/又は水の存在下で水酸化カルシウムを生じさせる。反応は非晶質二酸化ケイ素に比べてそれほど小さくともよい。

試料では反応温度20でないし40の場合には150 μ l/g以上に達した。一般に、反応の進行と共に比表面積は更に増大する。

測定方法を非晶質二酸化ケイ素としてシリカフュームを使用した場合を例にして説明する。

試料は所定の期間水和した後、7セプトで水和を停止し、-50 $^{\circ}$ Cの水蒸気圧下で1週間以上乾燥したものを使用した。

水和物の同定はX線回折で行った。放熱熱量は1000 $^{\circ}$ Cで、1時間で測定し、未反応の水酸化カルシウムの測定はDSC法によった。測定条件は以下の通りである。試料量: 10 \sim 20mg、昇温速度: 10 $^{\circ}$ C/min、雰囲気: N₂ gas 100ml/min。

未反応シリカフューム量は、未反応石英の定量法である塩酸及び炭酸ナトリウムによる選択溶解法に準じて、以下の方法で行った。
内容積5.0mlのテフロン製造心分離管に試料を約0.5g入れ、正しく秤量した後、2N塩酸40mlを加える。これを60 $^{\circ}$ C湯浴中で時々ガラス棒で

この反応で生成する水和物はすべてケイ酸カルシウム水和物であり、そのCaO/SiO₂モル比は原料の配合比により決まり、原料組成が重量比で1:2 \sim 1:1であれば、その範囲は0.6 \sim 1.5である。

得られる合成ケイ酸カルシウム水和物は非常に小さく、原料のCaO/SiO₂モル比が0.6の場合には、得られる水和物の比表面積は100 μ l/g以上に達した。非晶質二酸化ケイ素を主成分とする微細粒子がシリカフュームの場合、水酸化カルシウム:シリカフュームが重量比で1:2の

攪拌しながら、約15分間保持した後、6000 RPM以上の回転数で10分程度遠心分離を行う。上澄液を捨てて温水で1回洗浄して、さきと同様の条件で遠心分離し上澄液を捨てる。つぎに5%炭酸ナトリウム溶液40mlを加え、70 $^{\circ}$ C湯浴中でときどきガラス棒で攪拌しながら約20分間保持した後、165 $^{\circ}$ Cで乾燥した後、重量を測定する。シリカフュームにこの方法を適用すると、塩酸処理で約5%、炭酸ナトリウム処理で約10%が溶解した。各水和試料の測定結果は15%のシリカフュームが溶解するとして補正した。

比表面積はN₂吸着法で測定した。

(実施例)

シリカフュームと試薬水酸化カルシウム(粒径1 μ 以下)を第1表の組成比で充分混練後、水と固体の比率が1.5となるようにペーストを作成し、ポリプロピレン試験管に入れて密封し、20 $^{\circ}$ Cで40 $^{\circ}$ Cで養生した場合の結果を第2表に示した。

